

Mutu dan cara uji toluene teknis

SN 06-2571-92

25922/1421



STANDAR INDUSTRI INDONESIA

UDC.547.53

MUTU DAN CARA UJI TOLUENE TEKNIS

SII.0508-81



REPUBLIK INDONESIA
DEPARTEMEN PERINDUSTRIAN

DAFTAR ISI

	Halaman
1. RUANG LINGKUP	1
2. DEFINISI	1
3. SYARAT MUTU	1
4. CARA PENGAMBILAN CONTOH	1
5. CARA UJI	1
5.1. Specific Gravity at 60/60°F	1
5.2. Colour, Saybolt	3
5.3. Aromatic Content, % Vol	3
5.4. Copperstrip Corrosion	4
5.5. Benzene Content, % wt	6
5.6. Distillation	14
5.7. Acidity	16
5.8. Purity, % wt	18



MUTU DAN CARA UJI TOLUENE TEKNIS

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, syarat penandaan dan cara pengemasan toluene teknis.

2. DEFINISI

Toluene teknis adalah senyawa hidrokarbon aromatis, yang berupa cairan jernih, mudah menguap, mudah terbakar, bagian terbesar terdiri dari toluene dengan rumus kimia $C_6H_5CH_3$, dan dipergunakan untuk industri.

3. SYARAT MUTU

3.1. Specific Gravity at 60 / 60°F	0,835 — 0,870
3.2. Colour, Saybolt	+ 30
3.3. Aromatic content % vol	min. 98,8
3.4. Copperstrip Corrothion	maks. 2
3.5. Benzene content, % wt	maks. 0,04
3.6. Distillation :	
IBP °C	min. 100
Dry Point °C	maks. 145
Recovery at 120°C, % vol.	min. 90
Evap. residue, mg/50 cc	maks. 5
3.7. Acidity	no free acid
3.8. Putity, % wt.	min. 99,2

4. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Cara pengambilan contoh sesuai SII. 0427 — 81, *Petunjuk Pengambilan Contoh Cairan dan Semi Padat*.

5. CARA UJI

5.1. Specific Gravity at 60/60° F.

5.1.1. Prinsip :

Pengukuran specific gravity dilakukan dengan menggunakan Hydrometer. Hasilnya ditentukan pada 60°F, atau dihitung ke 60°F, dengan Standard Tabela

5.1.2. Peralatan :

5.1.2.1. Hydrometer dari gelas, berukuran dalam specific gravity pada 60/60° F.

5.1.2.2. Thermometer, mempunyai jarak — 5 + 215°F.

5.1.2.3. Tabung Hydrometer dan logam gelas-terang, plastik. Untuk memudahkan penuangan, tabung harus mempunyai ceret di ujungnya.

Garis tengah dan tabung bagian dalam paling sedikit 25 mm (minim) lebih besar dari garis tengah luar dari Hydrometer. Tinggi tabung sedemikian rupa, sehingga tinggi bagian Hydrometer yang tenggelam, di atas permukaan contoh.

5.1.3. Suhu pemeriksaan :

Specific gravity dari contoh yang diperiksa dengan Hydrometer hasilnya lebih teliti pada suhu 60°F.

Pemeriksaan boleh dilakukan antara 0 dan 195° F, tergantung dari kepadatan dalam contohnya.

5.1.4. Prosedur :

5.1.4.1. Atur suhu contoh, Hydrometer tabung dan Thermometer harus mempunyai suhu yang hampir bersamaan dengan contoh yang diperiksa.

5.1.4.2. Tuangkan contoh ke dalam tabung yang bersih, dijaga jangan sampai ada yang menyiprat keluar, untuk mencegah terjadinya gelembung udara, dan mengurangi bagian yang ringan seminimum-minimumnya.

Hilangkan gelembung-gelembung udara yang terjadi dengan cara menyentuh dengan kertas saring bersih sebelum dimasukkan Hydrometer.

Letakkan tabung berisi contoh, dan kalau sudah tertahan, tekan sedikit kira-kira dua bagian skala ke dalam contoh, dan lepaskan. Jaga supaya gagang bagian atas tetap kering, karena kalau ada zat yang menempel padanya maka akan merubah berat dari Hydrometer, dan akan mempengaruhi pemeriksaan.

Hydrometer tidak boleh menempel pada dinding tabung.

5.1.4.4. Suhu harus tetap, kemudian baca pembagian skala. Pembacaan yang betul adalah skala dari Hydrometer, pada mana permukaan cairan bertemu (berpotongan) dengan skala tersebut.

Pertemuan ini ditentukan dengan cara menempatkan masa sedikit di bawah cairan.

Kemudian naikan perlahan-lahan sampai pada permukaan. Pertama kelihatannya sebagai Ellips yang serong, kemudian berubah menjadi garis lurus yang memotong skala Hydrometer.

5.1.4.5. Membaca contoh, lihat pada hydrometer, pada mana contoh naik di atas permukaannya, menempatkan mata sedikit di atas permukaan yang datar dari cairan.

5.1.4.6; Baca suhunya sampai 0,25° F sebelum dan sesudah pembacaan specific gravity (contoh diaduk dengan Thermometer).

Kalau suhu berbeda lebih dari 1° F, ulangi pembacaan suhu dari specific gravity, sampai suhu contoh sudah tetap.

5.1.5. Perhitungan :

Koreksi semua pembacaan pada 60° F memakai Tabel

5.1.6. Ketelitian :

Hasil ulangan tidak berlebih dari 0,0015.

5.2. Colour, Syabolt

5.2.1. Prinsip :

Sinar dari lampu Standard ditembuskan melalui dua vertikal glass tube, dan salah satu dari vertikal glass tube itu diisi dengan contoh. Warna sinar yang keluar dari kedua vertikal glas tube dibandingkan. Angka yang ditunjukkan skala dari contoh itu dapat dibaca.

5.2.2. Peralatan :

5.2.2.1. Syabolt chrometer

5.2.2.2. Light Scurse (lampu standard)

5.2.3. Menyiapkan peralatan :

Sebelum dipakai, bersihkan alat-alat.

Bersihkan tube sebersih mungkin sebelum diisi dengan contoh.

5.2.4. Procedur :

5.2.4.1. Kalau perlu sebelum diuji, contoh difilter dulu dengan kertas sering Whatman No. 4 atau yang sejenisnya.

5.2.4.2. Isilah tube dengan contoh yang akan diperiksa.

5.3.4.3. Cocokkan dengan warna standard yang ada dalam tube yang lain.

5.3.4.4. Lihatlah berapa angka yang ditunjukkan oleh skala.

5.3. Aromatic Content, % Vol

5.3.1. Peralatan :

5.3.1.1. Tabung gelas (column)

5.3.1.2. Alat pengantar

5.3.1.3. Sinar ultra violet.

5.3.1.4. Angin (Air pressure)

5.3.2. Bahan :

5.3.2.1. Silika sel putih

5.3.2.2. Iso propil alcohol

5.3.2.3. Indikator merah (flourescend indicator).

5.3.3. Procedur :

5.3.3.1. Bersihkan lebih dulu celumn itu dengan aceton, dan keringkan dengan udara.

5.3.3.2. Letakkan berdiri di atas alat penggetar dan hidupkan alat itu.

- 5.3.3.3. Isilah tabung gelas itu (column) dengan silika sel kira-kira 4 cm tingginya dari leher bagian bawah.
- 5.3.3.4. Sesudah itu, isilah dengan indikator kira-kira 4 mm.
- 5.3.3.5. Isilah lagi dengan silika sel kira-kira 4 cm tingginya dari leher bagian atas.
- 5.3.3.6. Tunggu selama 5 menit, supaya isi column memadat.
- 5.3.3.7. Alat penggetar matikan, masukkan 0,75 cc contoh ke dalam column pakai pipet. Pada waktu memasukkan contoh, jangan sampai contoh berceceran mengenai dinding sebelah atas.
- 5.3.3.8. Setelah pengisian selesai, press dengan udara dengan kekuatan (4—10) psi.
- 5.3.3.9. Karena tekanan angin, maka bercampurlah dan mengalir ke bawah.
Setelah melalui daerah measuring device, tepat pada angka 90, sorotkan dengan sinar ultra violet, untuk mengetahui adanya aromatis.
Aromatis yang ditunjukkan dengan garis merah/coklat sampai biru yang paling terang. Olefin ditunjukkan dengan warna biru yang paling terang sampai kekuning-kuningan. Dan kita ukur berapa persen volume tiap memeriksa, mulai dari 90, 80, 70.

5.3.4. Perhitungan :

Aromatic % volume = $L_a/L \cdot 100\%$ vol.

Olefin % volume = $L_o/L \cdot 100\%$ vol.

Di mana :

L_a = panjang daerah aromatis, mm.

L_o = panjang daerah olefin, mm.

5.4. Copperstrip Corrosion

5.4.1. Prinsip :

Selemba tembaga yang sudah digosok (polished) direndam ke dalam contoh dan dipanasi pada suhu refluks untuk selama 30 menit. Pada akhir 30 menit lembaran tembaga tadi diambil, dicuci lalu penampakkannya dibandingkan dengan penampakkan lembaran tembaga Standard korosi.

5.4.2. Peralatan :

- 5.4.2.1. Test tube dari gelas dengan diameter 20 mm dan panjang 460 mm.
- 5.4.2.2. Penangas minyak atau air (oil or water bath) untuk menahan suhu tetap (konstan) sedikit di atas titik didih mula dari contoh yang diperlengkapi dengan klem untuk memegang test tube tegak lurus.
- 5.4.2.3. Thermometer distilasi yang berskala dari minum 1° sampai 405° C.

5.4.3. Pereaksi dan Bahan

- 5.4.3.1. Pelarut yang tak bersifat korosi misalnya isooktan, normal heksan, atau normal butan.
- 5.4.3.2. Lembaran tembaga murni lebar 13 mm dan panjang 75 mm.
- 5.4.3.3. Bahan penggosok, silikon karbid atau kertas gosok aluminium dengan bermacam-macam kehalusan termasuk kertas gosok silikon karbid No. 240 juga butiran silikon karbid berukuran 150 mesh dan kapas halus jenis farmasi.
- 5.4.3.4. Lembaran tembaga standar korosi yang merupakan reproduksi dari lembaran dengan ciri sebagai berikut:

Klasifikasi	Penandaan	Uraian
Baru digosok		
1	Sedikit buram	Jingga muda hampir sama dengan lembaran yang baru digosok.
2	Buram sedang	Merah anggur, lavender, multi warna dengan biru lavender dan/atau lapisan berwarna perak diatas merah anggur.
3	Buram gelap	Merah keungu-unguan diatas dasar kuningan.
4	Korosi	Hitam transparan, abu-abu gelap, atau coklat kehijau-hijauan hitam grafit, hitam mengkilap.

Lembaran induk diatas ini harus disimpan di dalam tempat yang kedap udara sedangkan reproduksinya harus stabil warnanya.

5.4.4. Penyediaan Lembaran Tembaga

5.4.4.1. Penyiapan permukaan

Hilangkan noda atau cacat dari kedua belah permukaan lembaran tembaga dengan menggosoknya memakai kertas gosok silikon karbid atau alumina dengan kehalusan yang sesuai.

Terakhir digosok dengan kertas gosok silikon karbid No. 240 sampai goresan dari kertas gosok yang lebih kasar tidak terlihat lagi. Rendamlah lembaran tembaga kedalam pelarut yang tidak bersifat korosi setelah itu segera diangkat untuk penggosokkan terakhir atau untuk disimpan dan dipergunakan dikemudian hari.

5.4.4.2. Penggosokan terakhir

Ambilah lembaran dari pelarut yang tidak bersifat korosi tersebut di atas dengan memakai penjepit baja tahan karat (stainless steel). Gosoklah permukaan utama dengan butir-butir silikon karbide dengan memakai kapas halus.

Gosokkan searah sumbu panjang dari lembaran tembaga sampai keujung dari lembaran. Bersihkan debu logam dari permukaan lembaran tembaga dengan jalan menggosoknya dengan keras memakai kapas halus sampai kapas tidak menjadi kotor.

5.4.5. Prosedur :

5.4.5.1. Letakkan lembaran tembaga yang sudah digosok di dalam test tube bersih. Tuangkan contoh ke dalam test tube sehingga lembaran tembaga terendam. Panaskan segera sehingga mendidih di dalam penangas minyak atau air pada suhu sedikit di atas titik didih mula dari contoh. Biarkan mendidih selama 30 menit tanpa terjadi distalasi yang sebenarnya.

5.4.5.2. Pemeriksaan lembaran tembaga

Segera angkat lembaran tembaga dengan memakai penjepit dari baja tahan karat (stainless steel) dari dalam contoh dan rendam ke dalam pelarut yang tidak bersifat korosi.

Kemudian angkat dan keringkan dengan memakai kertas saring kwantitatip. Periksalah lembaran tembaga dengan membandingkan dengan lembaran tembaga standar korosi. Letakkan lembaran tembaga yang diperiksa dan lembaran tembaga standar korosi sedemikian rupa sehingga sinar yang dipantulkan membentuk sudut 45° .

5.4.6. Laporan

5.4.6.1. Laporan korosi lembar tembaga (copperstrip corrosion) dari contoh toluene sebagai penampakan dari lembaran tembaga test yang sama dengan lembaran tembaga standar korosi.

5.4.6.2. Jika penampakan lembaran tembaga test berada diantara dua klasifikasi lembaran tembaga standar korosi, laporkan dengan mengambil patokan lembaran tembaga standar korosi yang lebih buram.

5.5 Benzene Content, % wt

5.5.1. Prinsip

Benzene dan toluene dalam produk petroleum ditetapkan dengan pengukur absorbance pada contoh dengan pelarut yang diketahui. Dengan menggunakan alat spectrophotometer, yang lebih dulu telah dikalibrasikan dengan larutan benzene murni dan toluene.

Interferensi oleh diolefins yang tergabung, dan komponen-komponen sulfur dalam jumlah kecil sekali (traces) diperkecil dengan menggunakan base line methode. Atau interferensi dapat benar-benar dipisahkan dengan mencuci contoh dengan larutan alkaline KMnO_4 sebelum analisa.

5.5.2. Peralatan :

5.5.2.1. Spectrophotometer

Diperengkapi untuk contoh-contoh cair. Instrument harus mampu mengukur absorbence dengan ulangan 0,5%, dan rata-rata 0,4 absorbence level dalam daerah spectral antara 280 dan 240 mm, dengan luas nominal band 1 mm atau kurang.

Posisi-posisi spectral harus dapat direproduksi dalam 0,1 mm.

5.5.2.2. Dua Vitrous Silica gol, yang mempunyai panjang optical path $1,000 \pm 0,005$ cm.

5.5.2.3. Pipet-pipet,
yang dikalibrasikan dengan isocotane untuk pemindahan volume.

5.5.3. Pereaksi, Pelarut dan bahan-bahan:

5.5.3.1. Isocotane,
Diusahakan sebagai pelarut spectroscopic.

5.5.3.2. Silica gel (200 mesh)

5.5.3.3. Larutan alkaline KMnO_4
Larutkan 50 g potassium permanganate (KMnO_4) dan 25 g solid potassium hydroxide (KOH) dalam air suling, dan encerkan sampai 1 liter.

5.5.3.4. Solvent untuk cleaning cells.
Acetone yang bebas residu atau ethyl alkohol.
Sebagai dasar bahan pertimbangan
— Benzene
Sesuai dengan ketentuan yang berlaku.
— Toluene
Sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

5.5.4. Persiapan peralatan :

5.5.4.1. Pengaturan pendahuluan

Periksa, dan jika perlu atur lagi panjang gelombang sesuai dengan aturan yang dipakai pabrik pembuatan peralatan.

Pusatkan focus lampu hydrogen untuk memperoleh intensitas maksimum. Jika pemusatan titik api lampu hydrogen tidak benar, dapat menyebabkan kalibrasi instrument menjadi salah.

5.5.4.2. Pemilihan slit width

Gunakan slit width sesuai dengan energy output dari instrument, tetapi tidak melebihi 0,5 mm.

Gunakan slit width yang sama dalam posisi base line spectral, seperti yang digunakan untuk key position. Jika instrument tidak dapat balance dengan slit width yang dipilih, bersihkan dan atur lagi mirror, atau ambil langkah lain untuk memperoleh energi yang perlu.

5.5.4.3. Cleaning cell

Bersihkan sel-sel absorpsi silika dengan mencuci tiga kali dengan acetone atau alkohol, dan keringkan dengan aliran udara kering yang bersih.

Usap sisi luar permukaan-permukaan yang transparan dengan lens tissue yang bersih.

Uji permukaan-permukaan ini, dan gunakan sel-sel hanya jika mutlak bersih.

5.5.4.4. Kalibrasi spectrophotometer

Persiapkan larutan-larutan

Encerkan contoh-contoh yang telah ditimbang dari pada benzene murni dan toluene murni untuk memperkirakan konsentrasi benzene dan toluene yang diberikan seperti tercantum pada tabel I.

Siapkan peraturan-peraturan ini sehari sebelum pengujian.

Tabel I
Larutan Contoh Benzene dan Toluene

Pesitian, nm.	Benzene, g/leter	Toluene, g/leter
275	30 — 60	5,0 — 11,0
268,5	4,0 — 12,0	0,20 — 0,45
267	5,0 — 12,0	0,34 — 0,80
259	1,0 — 2,0	0,20 — 0,50
254,5	0,17 — 0,37	0,22 — 0,50
252,5	0,65 — 1,5	0,25 — 0,55

5.5.5. Lokasi key position dan base line position :

Gunakan konsentrasi benzene dan toluene yang sesuai, base absorbance bandingkan dengan spectroscopic solvent dalam solvent cell, pada interval 2 nm dalam kisaran (245—275) nm.

Dalam urutan yang mendekati toluene, minimum 252,5 nm, dan benzene maksimum mendekati 254,5 nm.

Ambil pembacaan dengan benzene pada interval 0,1 nm.

Yang serupa, dalam urutan paling dekat dari toluene, minimum mendekati 268,5 nm.

Ambil pembacaan dengan toluene interval 0,1 nm.

Karena maksima dan minima sangat tajam, maka perlu bahwa posisi spectral diletakkan dengan saksama.

Pilih titik minima yang ditetapkan di atas, dan 275,0 nm sebagai base line position, untuk analisa dan titik maksima yang ditetapkan di atas sebagai key position untuk analisa.

5.5.6. Pengukuran Absorbance:

Baca absorbance, bandingkan dengan spectroscopic solvent, dalam solvent cell. Pelarut yang tersedia disesuaikan dengan key position dan base line position.

Sel-sel harus dijaga tertutup.

5.5.7. Diterminasi Cell Correction :

Baca absorbance, bandingkan dengan spectroscopic solvent dalam solvent cell, dari spectroscopic solvent sample cell pada tiap-tiap key position dan base-line positions.

Absorbance ini merupakan suatu ukuran perbedaan dua silika cells.

5.5.8. Perhitungan Absorptivitas :

5.5.8.1. Dari kemurnian contoh yang diketahui, berat contoh dan pengenceran, hitung absorptivitas untuk masing-masing posisi.

Jumlah ini menjadi perbandingan absorbance yang dikoreksi untuk konsentrasi contoh dalam gram per liter.

5.5.8.2. Periksa lagi data itu yang berbeda, dan absorptivity rata-rata pada tiap-tiap posisi dengan lebih banyak persentase seperti tercantum pada tabel II.

Tabel II
Permissible Deviations

Approximate Spectral Position, nm.	From tonage benzene, @ volume, %	From tonage toluene, @ volume, %
275	10,0	1,5
268,5	1,5	0,5
267	1,5	1,0
259	1,0	0,5
254,5	0,5	0,75
252,5	1,0	0,75

Absorptivity rata-rata untuk semua posisi terkecuali benzene pada 275 nm, harus didasarkan pada absorbance dalam kisaran 0,40 - 1,0.

5.5.8.3. Absorbance untuk kalibrasi harus diperoleh pada tiap-tiap spectral position dari sekurang-kurangnya dua penimbangan yang berbeda, dan empat pengenceran yang berbeda dari tiap-tiap penimbangan untuk tiap-tiap komponen murni.

5.5.9. Perhitungan Base Line Absorptivities .

Dari absorptivities rata-rata yang diperoleh, hitung base line absorptivities untuk dua key positions, untuk masing-masing komponen, seperti yang ditunjukkan di bawah ini.

Gunakan untuk perhitungan, koefisien kalibrasi rata-rata untuk tiap-tiap posisi spectral.

$$(a_B)_1 = a_{B254,5} - [a_{B259} + (259 - 254,5) / (259 - 252,5) (a_{B252,5} - a_{B259})]$$

$$(a_B)_2 = a_{B268,5} [a_{B275} + (275 - 268,5) / (275 - 267) (a_{B267} - a_{B275})]$$

$$(a_r)_1 = a_{r254,5} - I [a_{r259} + (259 - 254,5) / (259 - 252,5) (a_{r252,5} - a_{r259})]$$

$$(a_r)_2 = a_{r268,5} - [a_{r275} + (275 - 268,5) / (275 - 267) (a_{r267} - a_{r275})]$$

Dimana :

$(a_B)_1 + (a_B)_2$ = base line absorptivities benzene pada base line 1 (benzene peak) dan base line 2 (toluene peak).

— $(a_r)_1, (a_r)_2$ = base line absorptivities toluene pada base line 2 (toluene peak).

--- $a_{B254,5}, a_{B268,5}$, dsb. = absorptivities benzene pada posisi spectral yang ditunjukkan oleh angka-angka dari a_{r267}, a_{r275} , dsb. = absorptivities toluene, pada spectral positions yang ditunjukkan oleh angka-angka.

— Data ini berlaku untuk instrument dengan optical system.

5.5.9.1 Persiapan Contoh:

Cara ini diberikan untuk bahan contoh yang titik didih akhir melebihi 250°F (121°C).

Isikan 50 ml bahan kedalam alat penyuling, dan suling contoh pada tekan atmosphere, dengan cara sebagai berikut:

- Buang distillate beiling dibawah suhu 100°F (38°C).
- Kumpulkan untuk dianalisa dengan ultra violet, dari distillate boiling dalam kisaran suhu 100 — 250°F.
- Kumpulkan untuk pengujian mutu fraksinasi, ambil 1% bagian (5 ml) dari penyulingan awal pada 259°F valpor temperature point sampai dicapai minimum absorptivity point.

Uji 5 ml bagian contoh untuk absorptivity dengan ultra violet spectrophotometry sebagai berikut :

Campurkan bagian pertama jika perlu, sehingga untuk

membaca absorbence tidak boleh lebih besar dari 1,0. Baca absorbence pada 261,3 nm dari contoh dalam sample cell. Bandingkan dengan spectroscopic solvent dalam pelarut dengan menggunakan luas kerat yang sama seperti yang digunakan pada kira-kira 267 nm.

Hitung absorptivity sebagai perbandingan absorbence yang dikoreksi dengan konsentrasi campuran dalam gram per liter.

Jika absorptivity melebihi 0,3, ambil 10 ml bagian yang tercampur dalam silinder pencampur yang tertutup gelas dengan 20 ml larutan alkaline KMnO_4 , dan gojok dengan pengojok mekanis selama 20 menit. Isi sample cell dengan sebuah pipet dengan sebagian lapisan hidrokarbon.

Jangan mencuci campuran dengan air setelah mencuci dengan larutan KMnO_4 .

Baca absorbence pada 261,3 nm contoh dalam sample cell. Bandingkan dengan KMnO_4 alkalis, spectroscopic solvent. Cuci solvent cell dengan menggunakan luas keratan yang sama, seperti yang digunakan pada kira-kira 267 nm. Hitung absorptivity, dan jika melebihi 0,3 uji keratan yang lain dalam cara yang sama.

Jika absorptivity 0,3 atau kurang, tidak diperoleh, distilasi harus diulang pada suatu column yang lebih efisien atau pada perbandingan reflux ratio yang lebih tinggi.

Jika diperoleh angka 0,3 atau kurang pada salah satu keratan, gabungkan dalam proporsi aliquot bagian-bagian yang tidak tercampur, dan bagian-bagian yang mendidih lebih rendah.

Jika mungkin gabungkan dengan bagian yang mendidih pada $(100-250)^\circ\text{F}$, sehingga suatu contoh tunggal mengandung bukan C_8 aromatic dapat dianalisa.

5.5.9.2. Prosedur :

(1) Pengenceran contoh

-- Kadang-kadang suatu contoh tidak dapat memerlukan campuran.

Dalam hal ini, pipet sebagian contoh ke dalam sample cell, dan ukur absorbence pada dua posisi.

— Teruskan dengan analisa seperti tersebut dalam b.

Jika absorbence lebih besar dari 1,0, tambahkan (10—15) ml spectroscopic solvent pada tabung volumetris 25 ml atau 50 ml yang bertutup gelas kering, dan bersih.

-- Timbang kira-kira 1 g contoh atau lebih jika perlu, dalam tabung gelas, dan encerkan sampai volume dengan specific solvent.

Encerkan dengan teliti campuran ini.

Jika perlu dengan spectroscopic solvent, dengan menggunakan 2, 3, 4, 5 atau 0 ml picet dan 25 ml atau 50 ml tabung volumetric yang bertutup gelas, sampai konsentrasi total dari pada benzene dan toluene seperti absorbence, pada semua posisi spectral, jatuh pada kisaran 0,4 — 10.

- Data yang telah teliti akan dihasilkan, jika konsentrasi contoh diatur untuk memberikan kira-kira sama dengan absorbence seperti yang diperoleh dalam kalibrasi benzene. Ini dapat memerlukan dua atau lebih campuran yang berbeda. Jika perkiraan kepekatan contoh diketahui, waktu dapat dihemat dengan menghitung pengenceran semestinya.

(2) Pengukuran absorbence :

- Pipet bagian-bagian campuran kedalam sample cell dari spectrophotometer.

Tutup sel-sel dengan segera untuk mencegah pemindahan hidrokarbon aromatik dari sample cell ke solvent cell.

- Periksa jendela-jendela dari absorption cell, dan pastikan bersih.
- Ukur absorbence dengan mengulang secara cepat supaya darkcurrent setting, sensitivity setting, dan absorbence dapat dibaca sampai perubahan pembacaan yang salah.

Catat absorbence contoh, bandingkan dengan solvent pada posisi spectral yang dipilih, dengan menggunakan luas kerat yang sama seperti yang digunakan dalam kalibrasi, pada 232 nm dengan menggunakan luas kerat maksimum.

- Hitung absorptivity pada 232 nm.
Jika angka ini melebihi 0,25, cuci contoh dengan larutan alkaline KMnO_4 .
- Konsentrasi semua campuran harus seperti absorbence seperti terbaca pada instrument pada semua titik-titik yang harus dalam kisaran 0,4 — 1,0 (terkecuali pada 275 nm).

5.5.9.3. Determinasi koreksi cell.

Ukur dan catat absorbence dari sample cell yang diisi solvent dibandingkan dengan solvent cell yang diisi solvent.

5.5.9.4. Perlakuan sample (jika perlu).

- (1) Perlakukan dengan larutan alkaline KMnO_4 .
- (2) Campuran contoh.
- (3) Tambahkan 10 ml pengencer yang digunakan un-

tuk analisa dalam selinder pencampur bertutup gelas berskala/berukuran 50 ml tambahkan 20 ml larutan KMnO_4 alkaline, dan gojok dengan pengojok mekanis selama 20 menit.

- (4) Hindarkan penggojokan yang terlalu lemah. Perlakukan ini memisahkan komponen-komponen tidak jenuh dan sulfur.
- (5) Dalam cara yang sama, perlakukan sebagian spectroscopic solvent yang sama digunakan dalam pengenceran dengan larutan alkaline KMnO_4 .

5.5.9.5. Perhitungan :

- (1) Absorptivities:

Hitung absorptivities pada tiap-tiap posisi spectral yang dilakukan dengan membagi absorbence yang dikoreksi (amati koreksi absorbence minus cell), dengan konsentrasi contoh dalam gram per liter.

- (2) Base line absorptivities:

Hitung base line absorptivities pada setiap dua key positions.

- (3) Konsentrasi benzene dan toluene:

— Gunakan prinsip atas dasar konsentrasi standar.
— Absorbence benzene dan toluene dalam contoh dengan pemecahan persamaan linear secara serentak, ditulis untuk absorpsi pada dua titik base line yang diikuti-sertakan.

$$a_1 = (C_8/100) (a_8)_1 + (C_r/100) (a_r)_1$$

$$a_2 = (C_8/100) (a_8)_2 + (C_r/100) (a_r)_2$$

Dimana :

a_1, a_2 = base line absorptivities campuran untuk base line 1 (benzene peak) dan base line 2 (toluene peak).

$(a_8)_1, (a_8)_2$ = absorptivities benzene untuk base line 1 (benzene peak) dan base line 2 (toluene peak).

$(a_r)_1, (a_r)_2$ = absorptivities toluene untuk base line 1 (benzene peak) dan base line 2 (toluene peak).

C_8, C_r = konsentrasi dalam prosentase berat benzene toluene. Pecahkan persamaan ini secara langsung untuk persentase benzene dan toluene pada bagian contoh semula yang dipergunakan untuk analisa spectroscopic.

Hitung konsentrasi benzene dan toluene sebagai persentase berat atas dasar contoh semula, sebagai berikut :

$$\text{Benzene, \%} = C_8 \times (W_1 / W_2)$$

$$\text{Toluene, \%} = C_r \times (W_1 / W_2)$$

Dimana :

W_1 : berat bagian contoh yang digunakan untuk analisa spectroscopic (biasanya $38 - 121^{\circ}\text{C}$)

W_2 : berat muatan semula pada tabung distilasi.

5.5.9.6. P r e s s i :

Hasil-hasil antara dua laboratorium yang berbeda tidak boleh lebih dari jumlah-jumlah sebagai berikut:

Repratability Reproducibility

Kisaran Konsentrasi Benzene dan Toluene % berat.	Operator dan Peralatan Sama	Operator dan Peralatan Berbeda.
0,5 — 2	0,05	0,10
2 — 10	0,10	0,25
10 — 15	0,20	0,40
15 — 20	0,25	0,50
20 — 25	0,30	0,60

5.6. Distillation:

5.6.1. Prinsip

5.6.1.1. Suatu contoh 100 ml didistilasi dalam kondisi yang cocok untuk simple bath differential distillation

5.6.1.2. Temperatur mercury dalam thermometer diseimbangkan dengan cairan yang dialirkan kembali sebelum distilasi digantikan.

5.6.1.3. Temperatur pendidikan diamati pada suatu pertical immersion thermometer yang dikoreksi untuk tekanan udara standar, untuk memberikan temperatur pendidikan yang benar.

Catatan :

(1) Initial Boiling Point (LBP) adalah suhu yang ditunjukkan oleh thermometer distilasi pada tetesan pertama yang meninggalkan tabung kondensor.

(2) Dry Point adalah suhu yang ditunjukkan oleh thermometer distilasi pada tetesan terakhir dari penguapan cairan.

Cairan pada sisi tabung gelas diabaikan.

5.6.2. Peralatan :

5.6.2.1. Distillation apparatus

5.6.2.2. Distillation flask.

5.6.2.3. Sumber panas.

— Gas burner yang dapat diatur, atau

— Pemanas listrik yang cukup panas untuk menyuling produk dengan kecepatan seragam.

5.6.2.4. Penerima

Gelas ukur 100 ml, dalam pembagian skala 2 ml, dan tinggi keseluruhan (250 — 260) mm.

5.6.2.5. Thermometer.

5.6.3. Prosedur :

5.6.3.1. Gunakan graduated reseiver, ukuran 100 + 0,5 ml contoh.

Pindahkan contoh langsung ke tabung gelas, biarkan mengalir 15 sampai 20 detik.

5.6.3.2. Hubungkan tabung gelas ke kondensor, dan letakkan thermometer. Tempatkan receiver, tanpa pengering, pada tabung pengeluaran tabung kondensor, dalam posisi, bahwa tabung kondensor meluas ke produk bagian yang bertingkat, paling sedikit 25 mm. Tetapi tidak meluas kebawah 100 ml tanda.

Jika Initial Boiling Point dari contoh dibawah 70°C , Celupkan silinder dalam bak yang transparant, dan pertahankan pada suhu $(10-20)^{\circ}\text{C}$ seluruh di istillasi.

Letakkan tutup datar pada bagian atas graduate untuk mencegah air yang diembunkan dari pemasukan graduate.

5.6.3.3. Pilih kondisi operasi yang paling baik, adalah sebagai berikut:

- (1) Untuk bahan-bahan yang mempunyai Initial Boiling Point dibawah 150°C , kondisi yang ditetapkan adalah sebagai berikut:

@ Pelindung panas.

Ukuran diameter lobang, $1\frac{1}{4}$ in (32 mm).

@ Kecepatan pemanasan

Waktu penggunaan panas pada tetesan pertama dari distilat (5—10) menit.

Dan waktu dari kenaikan vapor column dalam leher gelas pada sisi lengan ($2\frac{1}{2}$ — $3\frac{1}{2}$) menit.

- (2) Untuk bahan-bahan yang mempunyai Initial Boiling point di atas 150°C , kondisi berikut harus ditetapkan:

Pelindung panas.

Ukuran diameter lobang $1\frac{1}{2}$ in (38 mm).

Kecepatan pemanasan.

Waktu penggunaan panas pada tetesan pertama dari distilat (10—15) menit. Dan waktu naik dari vapor column dalam leher gelas pada lengan samping cukup cepat untuk memberikan kumpulan tetesan pertama distilat didalam waktu 15 menit pada permulaan pemanasan.

5.6.3.4. Atur panas yang masuk, sehingga distilat berjalan pada kecepatan (4—5) ml/menit (kira-kira 2 tetes per tarik,

dan menggerakkan silender yang menerima, sehingga ujung tabung kondensor menyentuh salah satu dari silender, setelah tetesan pertama jatuh (Initial Boiling Point).

- (1) Gunakan koreksi ahringage dari thermometer bulb seperti yang ditetapkan dengan perubahan titik es atau titik uap.
- (2) Cara lain dapat digunakan seperti menggunakan platinum resistance thermometer atau suatu Bureau of Standard Thermometer.

5.6.3.5. Barometer correction

Koreksi setiap pembacaan penyimpangan tekanan barometer dari normal, dengan menambahkan secara aljabar, koreksi yang dihitung sebagai berikut:

$$\text{Koreksi} = K (760 - P).$$

Dimana :

- K : kecepatan perubahan titik didih/boiling point dengan tekanan, dalam derajat Celcius per milimeter,
- P : tekanan barometer dalam milimeter mercury pada suhu standar.

5.6.3.6. Jika seluruh kisaran distilasi contoh tidak melebihi 2°C, kombinasikan thermometer (bore yang tidak teratur, dan pen pengkerutan bulb) dan koreksi barometer dapat dibuat berdasarkan perbedaan antara 50% boiling point yang diamati dan true boiling point pada 760 mm.

5.6.3.7. Laporan :

- (1) Laporan hasil-hasil pengujian bahan/contoh dalam cara spesifikasi.
- (2) Laporkan temperatur yang dikoreksi pada tiap-tiap volume yang diamati, dan laporkan persentase

5.6.3.7. Laporan:

- (1) Laporkan hasil-hasil pengujian bahan/contoh dalam cara spesifikasi.
- (2) Laporkan temperatur yang dikoreksi pada tiap-tiap volume yang diamati, dan laporkan persentase Volume residu, Recovery, dan Distillation loss.

5.6.3.8. Presisi:

Hasil uji komponen-komponen harus mempunyai kisaran distilasi kira-kira sama jika dihasilkan dari dua laboratorium yang berbeda.

5.7. Acidity

5.7.1. Prinsip:

Contoh dari residu distilasi atau cairan hidrokarbon dikocok dengan air, dan lapisan air diuji acidity-nya dengan indikator methyl orange.

5.7.2. Peralatan:

- 5.7.2.1. Tabung centrifuge
bentuk kerucut, kapasitas 100 ml, tidak perlu dikalibrasi.
- 5.7.2.2. Centrifuge
mampu memutar dua tabung centrifuge dengan kecepatan 1500 rpm.

5.7.3. Pereaksi :

- 5.7.3.1. Kemurnian Pereaksi
Pereaksi yang digunakan untuk pengujian harus murni, sehingga tidak mengurangi ketelitian penetapan.
- 5.7.3.2. Kemurnian air
Air yang digunakan untuk pengujian contoh adalah air suling (aquadest).
- 5.7.3.3. Ethanol, 95%
- 5.7.3.4. Larutan indikator methyl orange (1 g/liter).
Larutan 1 g methyl orange dalam air dan encerkan sampai 1 liter.
- 5.7.3.5. Larutan indikator Phenolphthalein
Larutan 1 g phenolphthalein dalam 100 ml alkohol. Tambahkan larutan sodium hidroksida (NaOH, 0,8g/liter) setetes demi setetes untuk mengembangkan warna merah muda.

5.7.4. Prosedur :

- 5.7.4.1. Residu distilasi
 - (1) Dinginkan residu distilasi
 - (2) Alirkan segera kedalam sebuah tabung reaksi
 - (3) Tambahkan 3 volume air, tutup dan kocok tabung dengan hati-hati selama 30 detik.
 - (4) Biarkan cairan memisah dan pipet lapisan air yang jernih kedalam tabung reaksi yang bersih kedua.
 - (5) Tambahkan satu tetes larutan indikator methyl orange dan amati warna.
- 5.7.4.2. Cairan hidrokarbon
 - (1) Masukkan 50 ml contoh, 15 air dan 3 tetes larutan indikator methyl orange dalam sebuah tabung centrifuge.
 - (2) Tutup tabung dengan sebuah tutup yang bersih.
 - (3) Gojok dengan hati-hati selama 30 detik dan pusingkan dengan kecepatan 1500 rpm selama 10 menit.
 - (4) Pindahkan/lepaskan tabung centrifuge dan amati warna lapisan air.

Catatan :

- Selama pengocokan, keluarkan tabung centrifuge dengan interval yang sering, terutama pada 5 detik permulaan penggojokan.

-- Pakailah kaca penyelamat dan sarung tangan pencegah jika mengerjakan dengan alat itu.

5.7.5. Laporan :

Laporan residu distilasi sebagai "lulus" atau cairan hidrokarbon sebagai "netral" jika tidak tampak warna pink atau red.

5.8. Purity % wt.

5.8.1. Prinsip :

5.8.1.1. Setelah pengukuran freezing point contoh, purity dapat dihitung dari angka freezing point yang ditetapkan dan angka-angka freezing point untuk impurities, dan konstante Cryoscopic yang digunakan.

5.8.1.2. Hubungkan thermodinamika keseimbangan suhu komponen phase cair dinyatakan dengan persamaan:

$$\begin{aligned} -\ln N_1 &= -\ln (1 - N_2) \\ &= A (t_1^0 - t_1) [1 + B (t_1^0 - t_1) + \dots] \quad (1) \end{aligned}$$

Dimana :

N_1 = mole fraction sebagian besar komponen.

N_2 = $(1 - N_1)$ = jumlah mole fraction semua komponen-komponen lain.

t_1 = freezing point dalam derajat celcius substansi yang diberikan (dalam mana mole fraction sebagian besar komponen adalah N_1), ditentukan sebagai temperatur.

Sejumlah kecil kristal-kristal sebagian besar komponen adalah dalam keseimbangan phase cair.

t_1^0 = Freezing point untuk impurities nol, dalam derajat Celcius untuk sebagian besar komponen, jika murni $N_1 = 1$ atau $N_2 = 0$.

A = konstante cryoscopic pertama atau utama, dalam mole fraction per derajat.

B = konstante cryoscopic kedua, dalam mole fraction per derajat.

Persamaan dapat dirubah menjadi :

$$\begin{aligned} \log_{10} P &= 2,00000 - (A,23026) (t_1^0 - t_1) \\ &\quad (1 + B(t_1^0 - t_1) \dots \dots (2). \end{aligned}$$

Dimana :

P = purity substansi yang diberikan dalam istilah mole percent, sebagian besar komponen.

5.8.2. Peralatan :

- 5.8.2.1. Sampling apparatus,
untuk mengalirkan gas-gas cair.
- 5.8.2.2. Distilling apparatus,
untuk memisahkan sejumlah kecil polimer dan komponen-komponen dengan titik didih rendah.
- 5.8.2.3. Distilling apparatus,
untuk memisahkan sejumlah kecil polimer dari komponen-komponen dengan titik didih mendekati suhu kamar.
- 5.8.2.4. Vacuum distilling apparatus dan transfer traps.
untuk memisahkan udara yang terlarut dari sebagian besar polymer.

5.8.3. Bahan-bahan :

- 5.8.3.1. Carbon dioxide refrigerant,
solid carbon dioxide dalam cairan yang sesuai,
dianjurkan trichloroethylene.
- 5.8.3.2. Nitrogen cair atau udara cair,
untuk refrigerant.
Nitrogen cair lebih disukai karena tidak menyebabkan fatal.

5.8.4. Prosedur :

- 5.8.4.1. Tetapkan freezing point dari freezing curve dengan bak pendingin dari nitrogen cair (atau udara cair), dengan kecepatan pendinginan $0,3-0,8^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ selama cairan mendekati freezing point.
Segera dicapai suhu kristalisasi dibawah freezing point dengan cara memasukkan tongkat dingin.
- 5.8.4.2. Contoh sebanyak 50 ml (diukur pada suhu kamar) diperoleh secara langsung dari wadah semula dengan menggunakan pipet atau dengan menuangkan kedalam gelas silinder pengukur.
- 5.8.4.3. Untuk toluene, freezing point untuk impurity nol dengan tekanan udara 1 atmosphere adalah :

$$t_{10} = 94,965 \pm 0,012^{\circ}\text{C}$$

dan tetapan cryoscopic adalah :

$$A = 0,0250 \text{ N mole fraction}/^{\circ}\text{C} \text{ dan}$$

$$B = 0,0019 \text{ mole fraction}/^{\circ}\text{C}.$$

- 5.8.4.4. Tetapan cryoscopic yang ditunjukkan dalam c) dapat digunakan untuk contoh toluene yang mempunyai purity kira-kira 95 mole percent atau lebih, dengan impurity biasa, dan tidak ada salah satu impurities dalam jumlah melebihi komposisi eutectic dari sebagian besar komponen.

5.8.4.5. Keraguan perkiraan purity dinyatakan dalam oleh percent, dapat ditunjukkan dalam tabel berikut :

Purity dihitung dalam mole percent	Keraguan plus atau minus mole percent
diatas 99,5	0,03
99,0 — 99,5	0,04
98 — 99	0,05
97 — 98	0,06
96 — 97	0,08
95 — 96	0,10



SNI 06-2571-1992 (N)

Toluene teknis, Mutu dan cara uji

Tgl. Pinjaman	Tgl. Harus Kembali	Nama Peminjam



PERPUSTAKAAN

